

DOCUMENT 1/1 DOCUMENT NUMBER @: unavailable	DETAIL JAPANESE LEGAL STATUS
1. <u>JP,05-031351,A(1993)</u>	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN (11)Publication number : 05-031351 (43)Date of publication of application : 09.02.1993 (51)Int.Cl. B01J 8/06 // C07B 61/00 C07C 47/22 C07C 51/377 C07C 57/045 C07C 57/05 C07D307/60 (21)Application number : 03-211550 (71)Applicant : mitsubishi RAYON CO LTD (22)Date of filing : 29.07.1991 (72)Inventor : WATANABE SEIGO UBUKI MASAKO KURODA TORU OKITA MOTOMU (54) CATALYST PACKING METHOD (57)Abstract: PURPOSE: To reduce the powdering and collapse of a catalyst when a molded catalyst or a supported catalyst is allowed to fall to pack a fixed bed reactor. CONSTITUTION: A stripe like substance having a shape and thickness not obstructing the falling of a catalyst is provided to a reactor and the catalyst is allowed to fall to pack the reactor. Therefore, it is unnecessary to provide mechanical strength of a necessary degree or more to a molded catalyst or a supported catalyst and a limit from the aspect of catalyst planning is reduced.
BACK NEXT MENU SEARCH HELP	

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-31351

(43)公開日 平成5年(1993)2月9日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 8/06		9041-4G		
※ C 0 7 B 61/00	3 0 0			
C 0 7 C 47/22		C 9049-4H		
51/377				
57/045		6742-4H		

審査請求 未請求 請求項の数 1(全 4 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平3-211550

(22)出願日 平成3年(1991)7月29日

(71)出願人 000006035

三菱レイヨン株式会社
東京都中央区京橋2丁目3番19号

(72)発明者 渡辺 聖午

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ
ン株式会社中央研究所内

(72)発明者 宇吹 昌子

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ
ン株式会社中央研究所内

(72)発明者 黒田 徹

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ
ン株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 吉沢 敏夫

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 触媒の充填方法

(57)【要約】

【目的】 成型触媒又は担持触媒を固定床反応器に触媒を落下させて充填する際の触媒の粉化・崩壊を減少する。

【構成】 反応器内に触媒の落下を妨げない形状、太さを有するひも状物質を介在させて触媒を落下充填する。

【効果】 成型触媒又は担持触媒に必要な以上に機械的強度を持たせる必要がなく、触媒設計上の制限が少くなる。

(2)

特開平5-31351

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 成型触媒又は担持触媒を固定床反応器に上部より落下充填するに際し、反応器内に、実質的に触媒の落下を妨げない形状及び太さを有する少なくとも1個のひも状物質を介在させることを特徴とする成型触媒又は担持触媒の充填方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、成型触媒又は担持触媒の反応器への充填方法に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、成型触媒又は担持触媒を固定床反応器に充填するには反応器上部より投入落下させて充填する方法が採られている。この方法は触媒の投入落下時の物理的衝撃により触媒が粉化・崩壊することがある。これを防ぐため、触媒自体にある程度以上の機械的強度を持たせるか、もしくは充填の手法に何らかの工夫を施す必要がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】触媒の機械的強度は成型圧力を調節したり、成型又は担持の操作を工夫することで、ある程度は改善される。しかし、このような手法で機械的強度を高めた触媒は、概して触媒の持つ比表面積が小さくなったり、反応に有効な活性点の数が減少したり、また、反応に有効な細孔分布が制御できない等の理由で目的生成物の収率が低くなり実用的ではない。

【0004】このような見地から、機械的強度の高くない成型触媒又は担持触媒の粉化・崩壊を最小限に抑えて反応器に充填する有効な手法が望まれていた。本発明は、成型触媒又は担持触媒の新規な充填方法の提供を目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、成型触媒又は担持触媒を固定床反応器に上部より落下充填するに際し、反応器内に、実質的に触媒の落下を妨げない形状及び太さを有する少なくとも1本のひも状物質を介在させることを特徴とする成型触媒又は担持触媒の充填方法にある。

【0006】本発明において用いることのできる成型触媒の形状については、とくに限定はなく、球状、円柱状、円筒状、星型状等、通常の打錠機、押出成型機、乾動造粒機等で成型されるものが用いられる。また、担持触媒を用いる場合、担体の種類についてはとくに限定はなく、シリカ、アルミナ、シリカ・アルミナ、マグネシア、チタニア等の通常の担体が用いられる。その形状についてもとくに限定されるものではなく、球状、円柱状、円筒状、板状等が挙げられる。

【0007】本発明は、固定床反応器の形態に制限を加えるものではなく、さまざまな形態の反応器に適用することができる。なかでも多管垂直型反応器のように、管

2

径が狭く管長が長いものに適用する場合、非常に有効である。

【0008】反応器内に介在させるひも状物質の形状は触媒の落下を実質的に妨げない形状及び太さであれば特に制限を設ける必要はなく、針金状、糸状、帯状、チューブ状、鎖状、板状、らせん状等任意の形状が挙げられ、更にその各々に枝状、ブラシ毛状、板状等のものを備えた形状も挙げられる。これらの材質としては、特に制限はなく落下する触媒との接触により破損、破断しないものであればよく、各種金属、プラスチック、繊維、木材等の何れであってもよい。また、これらを適宜組合せたものでもよい。

【0009】本発明において、反応器内に介在させるひも状物質の長さとはとくに限定はないが、あまり短すぎると触媒充填時の粉化・崩壊を抑制する効果が低下する。長さとしては、反応器底部に届く程度が好ましい。

【0010】ひも状物質の使用本数には特に制限はなく、本数が多いほど触媒充填時の粉化・崩壊を抑制する効果は大きい。しかし、本数が多すぎると触媒の落下の妨げになることがあるため、挿入するひも状物質の形状、反応器の管径の大小に応じて適宜な本数を選ぶ。

【0011】反応器内に介在させたひも状物質は反応開始前に除去してもよいし、しなくてもよい。用いたひも状物質の形状及び材質が目的生成物の収率に影響を及ぼさないものであれば、必ずしも触媒充填後に除去する必要はない。また、用いたひも状物質が、充填した触媒の性能を変化させない範囲の加熱処理により、容易に燃焼又は気化し除去できるような材質のものであれば、触媒充填後に適当な熱処理をすることにより除去することもできる。

【0012】しかし、用いたひも状物質の形状及び材質が上記のようなものでない場合は、反応開始前に除去する方が好ましい。その手法としては、反応器への触媒の充填を終えた後に該ひも状物質を上部より引き抜くことは著しく困難であるため、触媒の充填と同時に上部より徐々に引き上げる方法が好ましい。ひも状物を反応器内に介在させる手段としては、反応器に吊下げるのがよく、また、形状材質によっては反応器の底部に設置してもよい。

【0013】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に説明する。なお文中「部」は重量部を意味する。また、成型触媒又は担持触媒の充填粉化率(%)は次のように定義される。触媒a部を、水平方向に対して垂直に設置した反応器上部より充填し、充填後反応器底部より回収された触媒のうち、14メッシュのふるいを通過しないものがb部であったとする。

【0014】

【化1】

【0015】実施例1

(3)

特開平5-31351

3

イソブタンの酸化によるメタクロレイン及びメタクリル酸合成用触媒である下記の組成の触媒粉末を調製した。

$P_1 Mo_{0.2} V_{0.3} Cu_{0.1} Ni_{0.2} Ir_{0.05} Cs_1 O_x$

(式中、P、Mo、V、Cu、Ni、Ir、Cs及びO

はそれぞれリン、モリブデン、バナジウム、銅、ニッケル、

イリジウム、セシウム及び酸素を表わす。また、元素記号右下併記の数字は各元素の原子比であり、xは前記各成分の原子価を満足するのに必要な酸素原子数である。) 得られた触媒粉末970部をグラファイト粉末30部とよく混合した後、外径5mm、内径2mm、高さ3mm

の円筒形に打錠成型した。

【0016】内径3cm、長さ5mの鉄製円筒型反応器上部より、外径1mm、長さ4.7mの針金を3本挿入した。前記で得られた成型触媒2kgを、100g充填する毎に針金を12cm上部に引き上げる要領で、反応器上部より落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ、1.1%であった。

【0017】比較例1

実施例1と同様にして得られた成型触媒を実施例1と同様の反応器に針金を挿入することなくそのまま落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ4.0%であった。

【0018】実施例2

n-ブテンの酸化による無水マレイン酸合成用触媒である下記の組成の触媒粉末を調製した。

$V_1 P_{0.1} Li_{0.1} O_x$

(式中、V、P、Li及びOはそれぞれバナジウム、リン、リチウム及び酸素を表わす。また、元素記号右下併記の数字は各元素の原子比であり、xは前記各成分の原子価を満足するのに必要な酸素原子数である。) 得られた触媒粉末970部をグラファイト粉末30部とよく混合した後、直径5mm、高さ4mmの円柱形に打錠成型した。

【0019】内径2.7cm、長さ4mのステンレス製円筒型反応器上部より、幅1cm、長さ3.6mのナイロン製リボンを1本挿入した。前記で得られた成型触媒2kgを、100g充填する毎にリボンを15cm上部に引き上げる要領で、反応器上部より落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ、0.4%であった。

【0020】比較例2

実施例2において、リボンを挿入することなくそのまま落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ2.0%であった。

【0021】実施例3

ベンゾチオフェンの水素化脱硫酸触媒である下記の組成の触媒粉末を調製した。

$Co_1 Mo_2 O_x$

(式中、Co、Mo及びOはそれぞれコバルト、モリブデン及び酸素を表わす。また、元素記号右下併記の数字

4

は各元素の原子比であり、xは前記各成分の原子価を満足するのに必要な酸素原子数である。) 得られた触媒粉末20部を直径4mmの球状アルミナ担体80部に担持した。

【0022】内径3cm、長さ4.5mのステンレス製円筒型反応器上部より、羊毛製で長さ1cmのブラシ毛を備えた直径0.8mm、長さ4.2mの針金を1本挿入した。前記で得られた担持触媒2kgを、100g充填する毎にブラシ毛付き針金を12cm上部に引き上げる要領で、反応器上部より落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ、0.2%であった。

【0023】比較例3

実施例3において、ブラシ毛付き針金を挿入することなくそのまま落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ1.7%であった。

【0024】実施例4

イソブタンの脱水素によるメタクリル酸合成用触媒である下記の組成の触媒粉末を調製した。

$V_1 P_{0.1} Mo_1 Pb_{0.2} O_x$

(式中、V、P、Mo、Pb及びOはそれぞれバナジウム、リン、モリブデン、鉛及び酸素を表わす。また、元素記号右下併記の数字は各元素の原子比であり、xは前記各成分の原子価を満足するのに必要な酸素原子数である。) 得られた触媒粉末に少量の水を加え、よく混合した後、押出成型機により、直径4mm、高さ5mmの円柱形に成型した。

【0025】内径3cm、長さ5.5mのステンレス製円筒型反応器上部より、外径6mm、内径3mm、長さ5.2mのテフロン製チューブを2本挿入した。前記で得られた成型触媒2kgを、100g充填する毎にチューブを12cm上部に引き上げる要領で、反応器上部より落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ、1.1%であった。

【0026】比較例4

実施例4において、テフロン製チューブを挿入することなくそのまま落下充填した。このときの充填粉化率を測定したところ2.5%であった。

【0027】

【発明の効果】本発明による方法で、成型触媒又は担持触媒を固定床反応器に充填すると、落下時の物理的衝撃による触媒の粉化・崩壊が著しく少なくなることができ、このため充填時における触媒の粉化等を懸念して触媒の機械的強度を必要以上に高くする必要がなくなる。従って、触媒設計上の制限が少なくなり、幅広い条件での触媒調製が可能となる。

【数1】

充填粉化率(%) = $\frac{a-b}{a} \times 100$

(4)

特開平5-31351

【手続補正書】

【提出日】平成3年10月8日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】

【数1】

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

* 【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】

【発明の効果】本発明による方法で、成型触媒又は担持触媒を固定床反応器に充填すると、落下時の物理的衝撃による触媒の粉化・崩壊を著しく少なくすることができる。このため充填時における触媒の粉化等を懸念して触媒の機械的強度を必要以上に高くする必要がなくなる。従って、触媒設計上の制限が少なくなり、幅広い条件での触媒調製が可能となる。

*

【手続補正書】

【提出日】平成3年12月12日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】

【数1】

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

※ 【補正内容】

【0021】実施例3

ベンゾチオフェンの水素化脱硫酸触媒である下記の組成の触媒粉末を調製した。

$$\text{Co}_x \text{Mo}_2 \text{O}_x$$

（式中、Co、Mo及びOはそれぞれコバルト、モリブデン及び酸素を表わす。また、元素記号右下傍記の数字は各元素の原子比であり、xは前記各成分の原子価を満足するのに必要な酸素原子数である。）得られた触媒粉末20部を直径4mmの球状アルミナ担体80部に担持した。

※

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

C 07 C 57/05

6742-4H

C 07 D 307/60

B 7729-4C

(72)発明者 大北 求

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイゾ
ン株式会社中央研究所内